



(19)

JAPANESE PATENT OFFICE

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11) Publication number: 02095433 A
(43) Date of publication of application: 06.04.1990

(51) Int. Cl. B01J 13/00
B01F 3/08

(21) Application number: 63244988
(22) Date of filing: 29.09.1988

(71) Applicant: MIYAZAKI PREF GOV
(72) Inventor: NAKAJIMA TADAO
SHIMIZU MASATAKA

(54) PRODUCTION OF EMULSION

(57) Abstract:

PURPOSE: To make the particle size of an emulsion uniform and to enable arbitrary control by pressurizing and injecting a liq. for a dispersed phase into a liq. for a continuous phase through a microporous membrane having uniform pore diameter.

CONSTITUTION: A liq. for a dispersed phase is pres-

surized and injected into a liq. for a continuous phase through a microporous membrane having uniform pore diameter. The particle size of the resulting emulsion corresponds to the pore diameter of the microporous membrane and the particle size distribution also corresponds to the pore diameter distribution. An emulsion having uniform particle size is produced under arbitrary control by simple operation with a simple apparatus and various materials can be emulsified while remarkably improving the physical characteristics.

COPYRIGHT: (C)1990 JPO&Japio

BEST AVAILABLE COPY

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

平2-95433

⑬ Int. Cl.⁵

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 平成2年(1990)4月6日

B 01 J 13/00
B 01 F 3/08

A 8317-4 G
A 6639-4 G

審査請求 未請求 請求項の数 4 (全11頁)

⑮ 発明の名称 エマルションの製造方法

⑯ 特 願 昭63-244988

⑰ 出 願 昭63(1988)9月29日

⑱ 発 明 者 中 島 忠 夫 宮崎県宮崎市大字塩路501

⑲ 発 明 者 清 水 正 高 宮崎県宮崎市大字島之内11074

⑳ 出 願 人 宮 崎 県 宮崎県宮崎市橘通東2丁目10番1号

㉑ 代 理 人 弁理士 三 枝 英二 外2名

明 細 書

発明の名称 エマルションの製造方法

特許請求の範囲

① 分散相となるべき液体を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して連続相となるべき液体中に圧入することを特徴とするエマルションの製造方法。

② 油相を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することによりW/O型エマルションを得た後、これを均一な細孔径を有する無機質のマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することを特徴とするW/O/W型エマルションの製造方法。

③ 水相を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することによりO/W型エマルションを得た後、これを均一な細孔径を有する無機質のマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することを特徴とするO/W/O型エマルションの製造方

法。

④ 完全には混じり合わない油相Ⅰおよび油相Ⅱを使用し、油相Ⅰを均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相Ⅱ中に圧入することを特徴とする非水系エマルションの製造方法。

発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明は、エマルションの新規な製造方法に関する。

従来技術とその問題点

従来からエマルション製造には、機械的手段が採用されてきた。すなわち、通常、連続相となるべき液体に分散相となるべき液体と界面活性剤などの乳化剤とを添加し、得られる混合液を攪拌機、ホモジナイザー、コロイドミルなどの機械によりかき混ぜるか攪り混ぜることにより、分散相を微細化し、エマルションを調製している。さらに、混合液に超音波を照射することにより、キャピテ

ーションを起こさせ、エマルション化する方法も利用されている。

しかしながら、これらの方法では、調製されたエマルションの分散相粒子（以下これをエマルション粒子ということがある）の径がかなり不揃いである。従って、設定粒径よりも大きな粒径の粒子が多く含まれていることがあり、分散相と連続相との比重差によっては、短時間内に分散相粒子の浮上分離あるいは沈降分離を生ずることがある。これを予防するためには、エマルション調製時のかき混ぜ、攪り混ぜ、超音波照射などの操作を長時間行なって粒子径のより一層の微細化を図り、エマルションの安定性を高める必要がある。

また、これらの公知のエマルション調製方法においては、用途に応じてエマルション粒子の粒径を自由に变化させることが難しい。例えば、エマルション粒子の粒径は、乳化重合によるポリマーの性能に大きく影響するので、その粒径制御を厳

密に行うことが極めて重要であるが、現在の技術では、その要求を完全に充足することは極めて困難である。

問題点を解決するための手段

本発明者は、上記の如き技術の現状に鑑みて研究を重ねた結果、均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を使用して従来とは全く異なる方法により、エマルションの製造を行なう場合には、従来技術の問題点が実質的に解消若しくは大巾に軽減されることを見出した。

すなわち、本発明は、下記のエマルション製造方法を提供するものである：

①分散相となるべき液体を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して連続相となるべき液体中に圧入することを特徴とするエマルションの製造方法。

②油相を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することによりW/O型エマル

ションを得た後、これを均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することを特徴とするW/O/W型エマルションの製造方法。

③水相を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することによりO/W型エマルションを得た後、これを均一な細孔径を有する無機質のマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することを特徴とするO/W/O型エマルションの製造方法。

④完全には混じり合わない油相Ⅰおよび油相Ⅱを使用し、油相Ⅰを均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相Ⅱ中に圧入することを特徴とする非水系エマルションの製造方法。

なお、本発明において、“均一な細孔径”とは、相対累積細孔分布曲線において、下記に示すように、「細孔容積が全体の10%を占める時の細孔径（ ϕ_{10} ）」を「細孔容積が全体の90%を占め

る時の細孔径（ ϕ_{90} ）」で除した値 ε が、1から1.5の範囲内にある時の状態を示す。

$$\varepsilon = \phi_{10} / \phi_{90}$$

因みに、 $\varepsilon = 1$ は、細孔にバラツキが全く存在しない理想的な状態（現実にはない）を意味しており、細孔径がよく揃っているほど、 ε の値は、1に近い。後述する多孔質ガラスからなるマイクロ多孔膜体では、 ε の値は、1.2以下程度であるのに対し、細孔径が制御されていないアルミナセラミックス膜体などでは、 ε の値は、2を上回る。この膜材の相対累積細孔分布曲線は、水銀圧入式ポロシメーターにより測定され、この曲線を積分したものが、いわゆる細孔分布曲線である。

本発明において最も重要な点は、分散相となるべき液体を連続相となるべき液体中に圧入するために使用する均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体である。すなわち、生成されるエマルション粒子の径は、使用するマイクロ多孔膜体の細孔径に対

応し、粒子径の分布もマイクロ多孔膜体の細孔径分布に対応する。従って、その他の事項をも加味して、使用するマイクロ多孔膜体は、以下の様な特性を具備すべきである。

(1) 細孔径分布が出来ただけ小さく且つ均一な貫通細孔を備えている。

(2) 所望の細孔径(通常0.1~10 μ m程度)に調整することが可能である。

(3) 分散相となるべき液体を連続相となるべき液体中に圧入するに際して、変形乃至破壊しない程度の十分な機械的強度を備えている。

(4) エマルションを形成すべき液体に対して化学的耐久性を有している。

(5) 分散相となるべき液体よりも連続相となるべき液体に対する濡れ性がより大きい。この逆の場合には、均一な粒子径を有するエマルションは、得られない。従って、必要ならば、表面を化学的に修飾することにより、表面を疎水化若しくは親

水化することが出来る。

このような特性を具備するマイクロ多孔膜体としては、無機質および有機質のものがあり、特に限定されるものではないが、例えば、特公昭62-25618号公報に開示された $\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3$ 系多孔質ガラス、特開昭61-40841号公報(米国特許第4,857,875号明細書)に開示された $\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Na}_2\text{O}$ 系多孔質ガラスおよび $\text{CaO}-\text{B}_2\text{O}_3-\text{SiO}_2-\text{Al}_2\text{O}_3-\text{Na}_2\text{O}-\text{MgO}$ 系多孔質ガラスなどを膜状体としたものが挙げられる。これらの多孔質ガラスにおいては、細孔径が極めて狭い範囲内にコントロールされており、且つ細孔の縦断面が円筒状となっているのが特徴である。膜体の厚さも、特に限定されるものではないが、強度などを考慮して、0.4~2mm程度とすることが好ましい。

本発明においては、マイクロ多孔膜体を通過させ

て、分散相となるべき液体を連続相となるべき液体中に圧入させるためには、下記の式(1)で示される最少圧力 P_c (kPa)を超える圧力を分散相となるべき液体に加える必要がある。

$$P_c = 2\gamma \cos \theta / r \quad (1)$$

但し、 γ : 界面張力 (dyn/cm)

θ : 接触角 (deg)

r : 多孔膜体細孔半径 (μ m)

実際に均一な細孔径を有するガラス質マイクロ多孔膜体(厚さ0.5mm)を使用し、分散相となるべき液体として灯油を使用し、連続相となるべき液体として水を使用して、本発明方法によりエマルションを製造する場合には、最少圧力(kPa)の理論値と実験値とは第1表に示すように良く一致する。

第 1 表

細孔径 (μ m)	理論値 (kPa)	実験値 (kPa)
0.52	216	211
0.70	160	152
1.36	83	83
1.45	78	77
2.52	44	44
4.80	24	20

また、上記以外の連続相と分散相との組合せにおいても、式(1)がほぼ成立することが確認された。

もし、細孔径の分布が不均一なマイクロ多孔膜体を使用する場合には、明確な最少圧力が存在しないので、生成するエマルション粒子の粒径は不均

一となり、その結果、粒径のコントロールは不可能となる。

また、分散相となるべき液体の連続相となるべき液体への圧入時の圧力が高い程、エマルションの生産性は高められるが、圧力が高くなり過ぎると、エマルション粒子径のバラツキが大きくなる。従って、圧入時の圧力は、分散相の種類、連続相の種類、界面活性剤の種類および濃度などにより変わり得るが、上記の式(1)で表わされる最少圧力の1.5~6倍程度の値とすることが好ましい。一般に、膜の細孔径が大きいほど、この数値の幅は小さく、例えば、細孔径が $10\mu\text{m}$ の場合には、1.1~1.5倍程度、細孔径が $0.1\mu\text{m}$ の場合には、1.5~6倍程度とすることが好ましい。

本発明において、分散相となるべき液体および連続相となるべき液体は、特に限定されず、従来からエマルションの製造に使用されてきた全ての

追い出し、さらに液体(5)内に流入して、エマルション粒子(7)を形成する。この粒子(7)の粒径は、液体(5)の界面張力のために、マイクロ多孔膜体(1)の細孔径に対応する大きさとなる。すなわち、液体(5)および液体(3)の種類、液体(3)にかかる圧力などにより異なるが、粒子(7)の粒径は、マイクロ多孔膜体(1)の細孔径の2.5~4倍程度となる。第2図は、本発明方法によりエマルションを連続的に製造する方法を概念的に示す。連続相となるべき液体(5)は、右方から左方に連続的に流れている。分散相となるべき液体(3)は、円筒型のマイクロ多孔膜体(1)の円筒周壁部を通して圧入され、エマルション粒子(7)を順次形成し、得られた所望のエマルションが左方から系外に連続的に取り出される。

第3図は、本発明方法を実施するための装置の一例を示す。

組合わせが採用される。

マイクロ多孔膜体の表面を疎水化若しくは親水化するためには、シリル化剤により膜体の表面に疎水性の炭化水素基を導入したり、或いはシランカップリング剤を使用して、膜体の表面を親水性の官能基で修飾したりすれば良い。

以下図面を参照しつつ、本発明を更に詳細に説明する。

第1図は、本発明方法により、エマルションが形成される機構を概念的に示したものである。当初は、均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体(1)を挟んで、分散相となるべき液体(3)と連続相となるべき液体(5)が存在しており、液体(5)は、多孔膜体(1)の面に平行に流れている。

この状態では、マイクロ多孔膜体(1)の膜面および細孔は、液体(5)により優先的に濡れているが、液体(3)にかかる圧力が上記の最小値を超えると、液体(3)は、細孔から液体(5)を

先ず、O/W型エマルションを製造する場合には、油相よりも水相に濡れやすい円筒型のマイクロ多孔膜体(14)をモジュール(15)に装着しておく。油相は、タンク(11)からポンプ(17)および圧力計(19)を備えたライン(21)、モジュール(15)内の円筒型のマイクロ多孔膜体(14)の外側およびライン(23)を経て、循環されている。一方、水相は、タンク(13)からポンプ(25)および圧力計(27)を備えたライン(29)、モジュール(15)内の円筒型のマイクロ多孔膜体(14)の内側、およびポンプ(31)および流量計(33)を備えたライン(35)を経て、循環されている。この状態で、前記で定義した最少圧力を若干上回る圧力を油相に加え、マイクロ多孔膜体(14)を通過させて、水相内に圧入させると、油相粒子(エマルション粒子)が水相中に分散したエマルションが形成され始め、タンク(13)に入る。当初のエマルションの濃度は低いが、これは、水相とともに

上記の循環経路を繰り返し循環する間に、次第に濃度を高め、やがては所望の濃度に到達する。

W/O 型エマルジョンを製造する場合には、第3図に示す装置において、水相よりも油相に濡れやすい円筒型のマイクロ多孔膜体(14)をモジュール(15)に装着するとともに、タンク(11)内に水相を収容し、タンク(13)内に油相を収容して、上記と同様の操作を行えば良い。

非水系エマルジョンを製造する場合には、第3図に示す装置において、分散相となるべき油相よりも連続相となるべき油相に優先的に濡れる円筒型のマイクロ多孔膜体(14)をモジュール(15)に装着するとともに、タンク(11)内に分散相となるべき油相を収容し、タンク(13)内に連続相となるべき油相を収容して、上記と同様の操作を行えば良い。

本発明によれば、多相系エマルジョンの製造も容易に行ない得る。例えば、W/O/W 型エマルシ

ョンが、水相よりも油相に濡れやすい性質のものであるとすれば、先ず外側の空間部(41)においてO/W 型エマルジョンが調製され、次いで内側の空間部(43)においてO/W/O 型エマルジョンが調製される。この場合、使用する2種類の多孔膜体の細孔径を適宜選択することにより、内部の水滴粒子の大きさおよび数、油滴粒子の大きさなどを自由に変化させることが出来る。

逆に外側の多孔膜体(37)が、水相よりも油相に濡れやすい性質のものであり、内側の多孔膜体(39)が、油相よりも水相に濡れやすい性質のものである場合には、W/O/W 型エマルジョンを調製することが出来る。

或いは、さらに複雑な系の多相系エマルジョンも、同様の手順により、製造可能である。

発 明 の 効 果

本発明によれば、下記の如き顕著な効果が達成される。

ンを製造する場合には、先ず、水相よりも油相に濡れやすいマイクロ多孔膜体を使用し、上述の方法により油相中に水相を圧入して、W/O 型エマルジョンを調製した後、水相により濡れやすいマイクロ多孔膜体を通過させて水相中に圧入し、所望のW/O/W 型エマルジョンを得ることが出来る。

或いは、O/W/O 型エマルジョンを製造する場合には、先ず、油相よりも水相に濡れやすいマイクロ多孔膜体を使用し、上述の方法により水相中に油相を圧入して、O/W 型エマルジョンを調製した後、油相により濡れやすいマイクロ多孔膜体を通過させて油相中に圧入し、所望のO/W/O 型エマルジョンを得ることが出来る。

第4図に概要を示す様に、複層円筒型のマイクロ多孔膜体を使用することにより、多相系エマルジョンの製造を容易に行なうことが出来る。例えば、外側の多孔膜体(37)が、油相よりも水相に濡れやすい性質のものであり、内側の多孔膜体(39)

(イ) エマルジョン粒子の径を均一とし、且つ任意に制御することが出来る。

(ロ) 得られた均一粒径の粒子を含むエマルジョンは、これを利用する各種材料の物性を著しく改善する。

(ハ) 簡単な装置を使用して、簡単な操作でエマルジョンを調製することが出来るので、経済性に優れている。

(ニ) したがって、本発明は、エマルジョンを利用する各種の技術分野、例えば、乳化系食品の製造、乳化系農薬の製造、乳化系医薬の製造、液液抽出、乳化重合法によるラテックスの製造などにとって、極めて有用である。

実 施 例

以下に実施例を示し、本発明の特徴とするところをより一層明確にする。

実施例 1

O/W 型エマルジョンの製造

特開昭61-40841号公報の実施例1に記載の方法により製造された無機質マイクロ多孔膜体（このものは、親水性である）を使用することにより、O/W型エマルションを製造した。

先ず、水にドデシル硫酸ナトリウム（SDS）をその臨界ミセル濃度（0.2重量%）に相当する割合で加えて連続相とした後、第3図に示す形式の装置を使用して、分散相としての灯油を圧入した。この時の圧力は、前記の式（1）で表される最少圧力の3倍程度とし、連続相の流動速度を1.9m/秒とした。

遠心沈降式粒度分布装置により測定した各エマルションの粒子径分布を第5図に示す。第5図中“D”とあるのは、使用した無機質マイクロ多孔膜体の細孔径を示す。第5図は、得られたエマルション中の粒子径が極めて均一であることを示している。

また、第6図に細孔径0.70μmの無機質ミ

クロ多孔膜体を使用して製造されたエマルションの光学顕微鏡写真（スケールは、20μm）を示し、第7図に細孔径1.36μmの無機質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルションの顕微鏡写真（スケールは、20μm）を示す。これらの図面も、本発明方法により得られたエマルション中の粒子径が極めて均一であることを示している。

さらに、細孔径の種々異なる無機質マイクロ多孔膜体を使用し、上記と同様の条件でO/W型エマルションを製造した後、それぞれの粒子径を測定した。第8図に示す結果から、無機質マイクロ多孔膜体の平均細孔径とエマルションの平均粒子径との間に直線関係が成立することが明らかである。

実施例2

W/O型エマルションの製造

細孔径0.70μmの円筒型ガラス質マイクロ多孔膜体を良く乾燥した後、110℃のトルエン中

実施例2と同様にして得たW/O型エマルションを細孔径5.22μmの親水性の円筒型ガラス質マイクロ多孔膜体を通して純水中に圧入し、W/O/W型エマルションを得た。

得られたW/O/W型エマルションの光学顕微鏡写真を第10図として示す。図面のスケールは、第9図と同じである。

この図面は、本発明方法により得られたW/O/W型エマルション中の粒子径が極めて均一であることを示している。

比較例1～2

SDSを0.2重量%添加した水と灯油との混合系を常法に従ってホモジナイザーにより30分間処理して、O/W型エマルションを得た（比較例1）。

また、比較例1と同様にして得たO/W型エマルションを常法に従ってさらに30分間にわたり超音波処理して、O/W型エマルションを得た（比較

でオクタデシルトリクロシランにより8時間処理し、さらに室温でトリメチルクロシランで7時間処理して、疎水性とした。かくして処理されたガラス質マイクロ多孔膜体を第3図に示す形式の装置に装着して、灯油を連続相とし、水を分散相として実施例1と同様の操作により、W/O型エマルションを製造した。なお、エマルションを安定化させるために、灯油には、灯油容量の1%の割合でソルビタン脂肪酸エステル系界面活性剤を加え、水には、水重量の5%の割合で食塩を加えておいた。

第9図に得られたW/O型エマルションの光学顕微鏡写真を示す。図中のスケールは、20μmである。この図面も、本発明方法により得られたエマルション中の粒子径が極めて均一であることを示している。

実施例3

W/O/W型エマルションの製造

例2)。

第11図(a)に比較例1によるO/W型エマルションの粒子径分布を示し、第11図(b)に比較例2によるO/W型エマルションの粒子径分布を示す。

さらに、第12図に比較例1で得られたO/W型エマルションの光学顕微鏡写真を示す。図面のスケールは、第9図と同じである。

これらの図面から、従来法により得られたエマルションでは、粒子径のバラツキが大きく、粒子径の制御が不可能であることが明らかである。

比較例3

多孔質無機材料として知られる多孔質アルミナ膜体(平均細孔径約 $1\mu\text{m}$)を使用する以外は実施例1と同様にして、O/Wエマルションを製造した。

第11図(c)に本比較例によるO/W型エマルションの粒子径分布を示す。

一例を示す。

第4図は、多相系エマルションを製造するために使用される円筒型のマイクロ多孔膜体の概要を示す。

第5図は、実施例1で得られた各エマルション中の粒子径分布を示すグラフである。

第6図は、細孔径 $0.70\mu\text{m}$ の無機質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルションの光学顕微鏡写真を示す。

第7図は、細孔径 $1.36\mu\text{m}$ の無機質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルションの光学顕微鏡写真を示す。

第8図は、無機質マイクロ多孔膜体の細孔径とO/W型エマルションの粒子径との関係を示すグラフである。

第9図は、実施例2で得られたW/O型エマルションの光学顕微鏡写真を示す。

第10図は、実施例3で得られたW/O/W型エマ

この結果から、多孔質アルミナ膜体を使用する場合には、得られたエマルションの粒子径のバラツキが、 $2\sim 25\mu\text{m}$ 程度と極めて大きく、粒子径の制御が不可能であることが明らかである。

これは、多孔質アルミナ膜体の場合には、第13図として示す電子顕微鏡写真(スケールは、 $10\mu\text{m}$)から明らかな様に、細孔径自体に大きなバラツキがあるからである。

これに対し、本発明で使用するガラス質マイクロ多孔膜体は、一例として第14図に示す様に、細孔径が極めて均一なので、その結果、得られるエマルションの粒子径も、均一となるのである。

図面の簡単な説明

第1図は、本発明方法により、エマルションが形成される機構を概念的に示したものである。

第2図は、本発明方法によりエマルションを連続的に製造する方法を概略的に示す。

第3図は、本発明方法を実施するための装置の

エマルションの光学顕微鏡写真を示す。

第11図(a)は、比較例1によるO/W型エマルションの粒子径分布を示す；第11図(b)は、比較例2によるO/W型エマルションの粒子径分布を示す；第11図(c)は、比較例3によるO/W型エマルションの粒子径分布を示す。

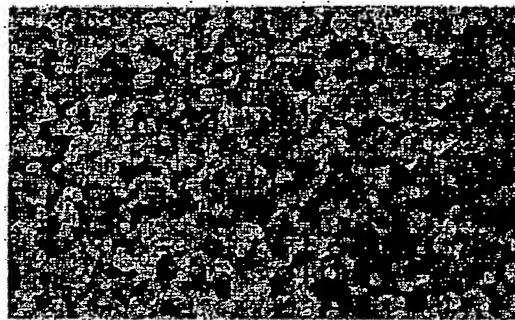
第12図は、比較例1で得られたO/W型エマルションの光学顕微鏡写真を示す。

第13図は、比較例3で使用した多孔質アルミナ膜体の電子顕微鏡写真を示す。

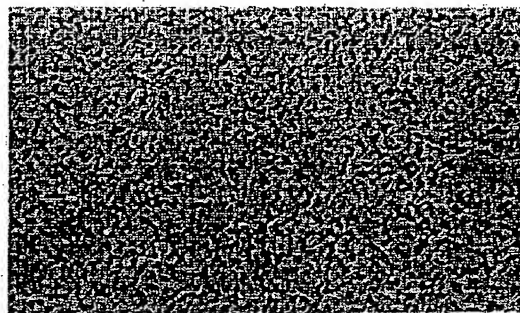
第14図は、本発明で使用するガラス質マイクロ多孔膜体の電子顕微鏡写真を示す。

- (1) …無機質マイクロ多孔膜体
- (3) …分散相となるべき液体
- (5) …連続相となるべき液体
- (7) …エマルション粒子
- (11) …タンク
- (13) …タンク

第 13 図



第 14 図



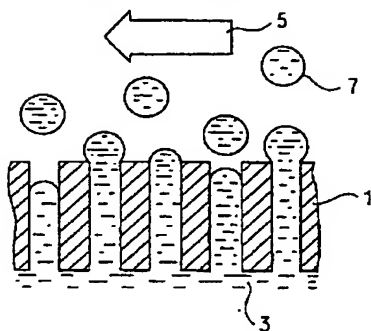
- (14) …円筒型の無機質マイクロ多孔膜体
- (15) …モジュール
- (17) …ポンプ
- (19) …圧力計
- (21) …油相ライン
- (23) …油相ライン
- (25) …ポンプ
- (27) …圧力計
- (29) …水相ライン
- (31) …ポンプ
- (33) …流量計
- (35) …水相ライン
- (37) …外側多孔膜体
- (39) …内側多孔膜体
- (41) …外側空間部
- (43) …内側空間部

(以 上)

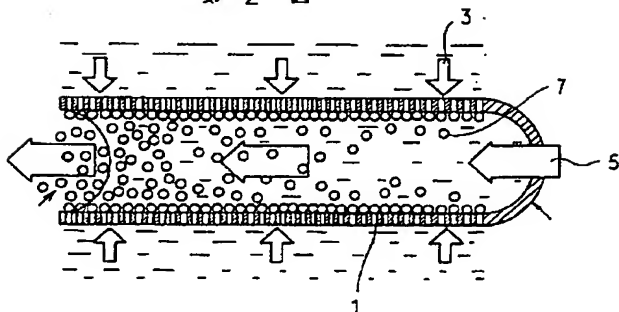
代理人 弁理士 三 枝 英 二



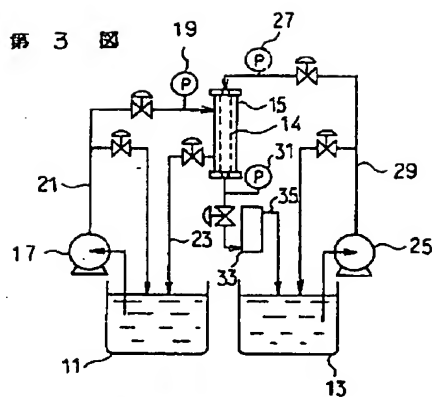
第 1 図



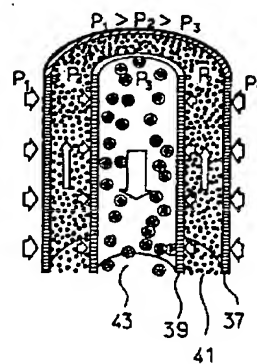
第 2 図



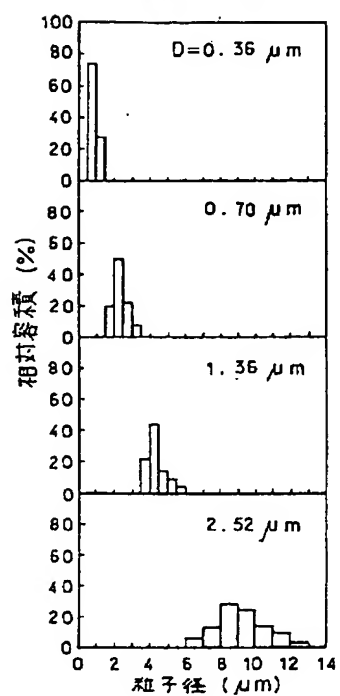
第 3 図



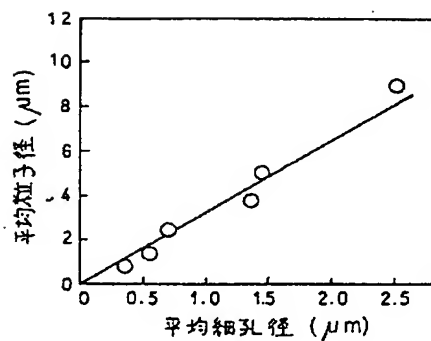
第 4 図



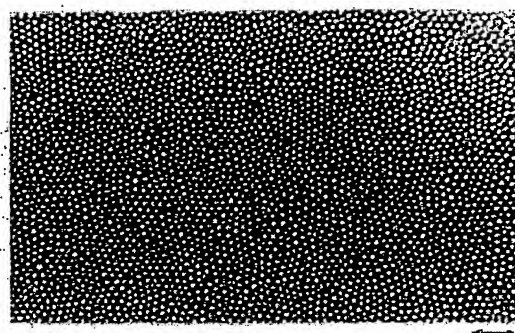
第 5 図



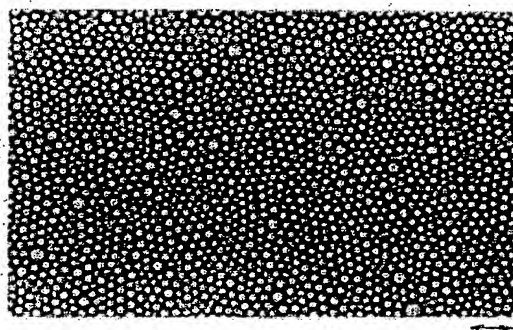
第 8 図



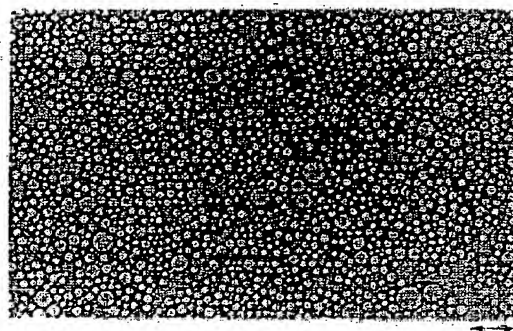
第 6 図



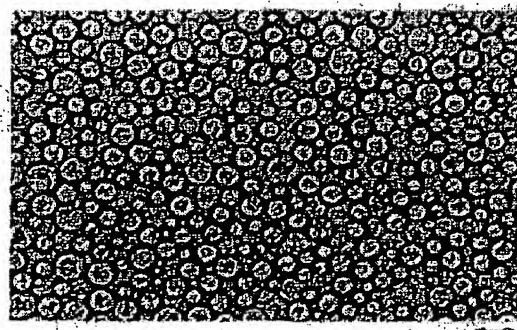
第 7 図



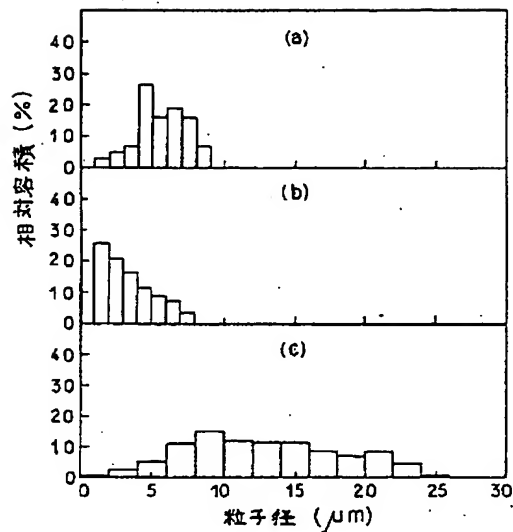
第 9 図



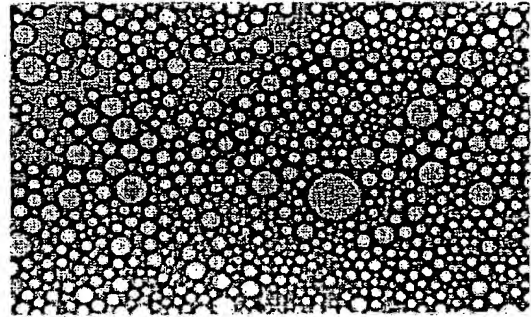
第 10 図



第 11 図



第 12 図



手続補正書 (方式)

平成1年1月19日



特許庁長官 吉田文毅殿

1 事件の表示

昭和63年特許願第244988号

2 発明の名称

エマルションの製造方法

3 補正をする者

事件との関係 特許出願人

宮崎県

4 代理人

大阪市東区平野町2の10 沢の鶴ビル

(6521) 弁理士 三枝英二

5 補正命令の日付

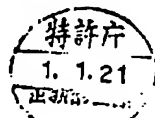
昭和63年12月20日

6 補正の対象

明細書中「図面の簡単な説明」の項

7 補正の内容

別紙添付の通り



補正の内容

- 1 明細書第25頁第7行乃至第12行「第6図は、………を示す。」とあるのを下記の通りに訂正する。

「第6図は、細孔径0.70 μmの無機質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルションの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第7図は、細孔径1.36 μmの無機質マイクロ多孔膜体を使用して製造されたエマルションの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。」

- 2 明細書第25頁第16行乃至第26頁第1行「第9図は、………示す。」とあるのを下記の通りに訂正する。

「第9図は、実施例2で得られたV/O型エマルションの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第10図は、実施例3で得られたV/O型エマルションの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真

である。」

3 明細書第26頁第7行乃至第12行「第12図は、………を示す。」とあるのを下記の通りに訂正する。

「第12図は、比較例1で得られたO/W型エマルションの粒子分布状態を示す光学顕微鏡写真である。

第13図は、比較例3で使用した多孔質アルミナ膜体の微細構造を示す電子顕微鏡写真である。

第14図は、本発明で使用するガラス質マイクロ多孔膜体の微細構造を示す電子顕微鏡写真である。」

(以 上)

特許法第17条の2の規定による補正の掲載

昭和 63 年特許願第 244988 号(特開平
2-95433 号, 平成 2 年 4 月 6 日
発行 公開特許公報 2-955 号掲載)につ
いては特許法第17条の2の規定による補正があっ
たので下記のとおり掲載する。 2 (1)

Int. Cl.	識別 記号	庁内整理番号
B01J 13/00		A-6345-4G
B01F 3/08		A-6639-4G

補 正 の 内 容

- 1 特許請求の範囲の項の記載を別紙の通りに訂正する。
- 2 明細書中の記載を下表の通りに訂正する。

頁	行	誤	正
3	17	乳化重合	懸濁重合
4	18	W/O 型	O/W 型
5	3	W/O/W 型	O/W/O 型
5	5	O/W 型	W/O 型
5	6~7	無機質のミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
5	8	O/W/O 型	W/O/W 型
6	12	積分	微分
13	3	液体(5)	液体(3)
14	11	ポンプ(31)	圧力計(31)
15	9	エマルジョン	エマルション
17	6	水滴粒子	油滴粒子
17	7	油滴粒子	水滴粒子
18	12	乳化重合法	懸濁重合法
19	2	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体

平成 2.8.-1 発行
手続補正書(自発)

平成2年4月16日

特許庁長官 吉田文毅 殿

- 1 事件の表示
昭和63年特許願第244988号
- 2 発明の名称
エマルションの製造方法
- 3 補正をする者
事件との関係 特許出願人
宮崎県
- 4 代理人
大阪市中央区平野町2-1-2 沢の鶴ビル
☎06(203)0941
(6521) 弁理士 三枝英二
- 5 補正命令の日付
自発
- 6 補正の対象
明細書中「特許請求の範囲」の項、「発明の詳細な説明」の項及び「図面の簡単な説明」の項
- 7 補正の内容
別紙添付の通り

特許庁

2.4.9

頁	行	誤	正
19	14~15	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
19	18	無機質	ガラス質
20	3~4	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
20	9~10	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
20	12~13	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
21	2~3	7時間	2時間
21	15	極めて均一	ほぼ均一
22	9	極めて均一	ほぼ均一
25	7~8	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
25	10~11	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
25	13	無機質ミクロ多孔膜体	ガラス質ミクロ多孔膜体
26	13	(1) ...無機質ミクロ多孔膜体	(1) ...ミクロ多孔膜体
27	10	(31) ...ポンプ	(31) ...圧力計

(以上)

特許請求の範囲

- ① 分散相となるべき液体を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して連続相となるべき液体中に圧入することを特徴とするエマルジョンの製造方法。
- ② 油相を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することにより O/W 型エマルジョンを得た後、これを均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することを特徴とする O/W/O 型エマルジョンの製造方法。
- ③ 水相を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相中に圧入することにより W/O 型エマルジョンを得た後、これを均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して水相中に圧入することを特徴とする W/O/W 型エマルジョンの製造方法。
- ④ 完全には混じり合わない油相 I および油相 II

を使用し、油相 I を均一な細孔径を有するマイクロ多孔膜体を通して油相 II 中に圧入することを特徴とする 非水系エマルジョン の製造方法。

**This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning
Operations and is not part of the Official Record**

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

- ☐ BLACK BORDERS
- ☐ IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- ☒ FADED TEXT OR DRAWING
- ☒ BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING
- ☐ SKEWED/SLANTED IMAGES
- ☐ COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS
- ☐ GRAY SCALE DOCUMENTS
- ☒ LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT
- ☒ REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY
- ☐ OTHER: _____

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.